

# O Microscópio de Força Atômica (AFM): importante ferramenta no estudo da morfologia de superfícies na escala nanométrica

Erveton Pinheiro Pinto<sup>1</sup>, Glenda Quaresma Ramos<sup>2</sup> e Henrique Duarte da Fonseca Filho<sup>3</sup>

1 Graduado em Licenciatura em Física pela Universidade Federal do Amapá (2013). E-mail: pinheiro.everton@yahoo.com.br

2 Graduada em Ciências biológicas pela Universidade Federal do Amapá, Brasil. E-mail: gg.ramos@hotmail.com

3 Graduado em Física pela Universidade do Estado do Rio de Janeiro (2001), mestrado em Física pela Pontifícia Universidade Católica do Rio de Janeiro (2004) e doutorado em Física pela Pontifícia Universidade Católica do Rio de Janeiro (2008). Atualmente é professor Adjunto II da Universidade Federal do Amapá. E-mail: hdf\_filho@unifap.br

**RESUMO:** O surgimento do Microscópio de Força Atômica (AFM) promoveu um grande impacto na Ciência, de uma forma geral, devido a sua capacidade de gerar imagens com resolução atômica, proporcionando o estudo da morfologia de superfícies, condutoras ou não, em escala nanométrica. Além disso, o AFM não exige uma preparação prévia das amostras a serem estudadas, possuindo apenas uma limitação no tamanho das mesmas devido ao porta-amostras. Um breve histórico, desde o surgimento deste microscópio até os dias atuais, e uma abordagem mais aprofundada sobre o seu funcionamento serão apresentados, explicitando, dessa forma, a importância deste poderoso equipamento para a Ciência e Engenharia dos Materiais.

Palavras-chave: AFM, força, átomos, morfologia de superfícies, escala nanométrica.

**The Atomic Force Microscope (AFM): an important tool in the study of surfaces morphology in the nano-scale.**

**ABSTRACT:** The emergence of the Atomic Force Microscope (AFM) has promoted a big impact on the science, in general, due to its ability to generate images with atomic resolution, providing the study of the morphology of surfaces, conductive or not, at the nanoscale. Furthermore, AFM does not require a prior preparation of the samples to be studied, having only one limitation on the size of the same due to the sample holder. A brief history from the arising of this microscope until now and a more thorough approach to its operation will be presented, explaining thus the importance of this powerful equipment for Materials Science and Engineering.

Keywords: AFM, force, atoms, morphology of surfaces, nano-scale.

## 1 Introdução

Os instrumentos óticos, utilizados para observação de detalhes ampliados

de superfícies, possuem a limitação do comprimento de onda da luz visível dada pelo critério de difração de Ra-

yleigh<sup>1</sup>. Assim, para estudar superfícies em uma escala menor, tornou-se necessário buscar novos mecanismos, como por exemplo, através da microscopia de varredura por sonda ou ponta de prova.

Atualmente existe uma família de microscópios de varredura por sonda ou SPM (do inglês *Scanning Probe Microscope*) entre os quais é possível citar o Microscópio de Tunelamento ou STM (do inglês *Scanning Tunneling Microscope*) e o Microscópio de Força Atômica ou AFM (do inglês *Atomic Force Microscope*). Essa classe de microscópios tem como componente essencial uma ponta ou sonda que varre a superfície da amostra detectando mudanças em seu relevo através de variações de grandezas físicas que dependem da variante do SPM escolhida.

O princípio de funcionamento do STM, por exemplo, é baseado em um fenômeno quântico chamado de efeito túnel ou tunelamento (Cohen, 2002). Quando a distância ponta-amostra é de aproximadamente 10 angstroms (que equivale a 1nm), os elétrons da amostra (que deve ser condutora ou semicondutora) começam a tunelar na direção da ponta, que é em geral um fio de tungstênio, ou vice-versa dependendo da polaridade da voltagem aplicada, gerando uma corrente elétrica conhecida como corrente de tunelamento. Essas variações de corrente elétrica são

detectadas e processadas através de um sistema de retroalimentação da eletrônica que compõem o equipamento e enviadas para um computador onde a topografia (imagem digital) da superfície da amostra é construída (Zanette, 2010).

Por outro lado, o princípio de funcionamento do AFM está baseado na interação que ocorre, ao longo da varredura, entre os átomos que compõem a sua ponta e os átomos que compõem a superfície da amostra (Garcia e Pérez, 2002). Por isso, ao comparar o STM com o AFM é fácil perceber que o segundo possui a vantagem de fazer imagens tanto de superfícies condutoras quanto isolantes, já que todos os materiais são compostos por átomos.

Os instrumentos citados acima estão presentes no Laboratório de Ciências dos Materiais (LabMat) do Departamento de Física da Universidade Federal do Amapá (UNIFAP) e são ambas ferramentas importantes na caracterização de superfícies, pois são capazes de gerar imagens com resolução atômica e com o principal diferencial de produzir imagens em três dimensões.

Neste artigo é dada ênfase à microscopia de força atômica que, além de ajudar na descrição da estrutura superficial da amostra, é também uma técnica bastante utilizada para o estudo de propriedades mecânicas e tribológicas (propriedades relacionadas com movimento relativo) de superfícies na escala nanométrica (da ordem de  $10^{-9}$ m).

---

<sup>1</sup> Estudando os diagramas de difração de duas fontes luminosas Rayleigh concluiu, através de cálculos numéricos, que só podem ser resolvidos objetos de 200 a 350 nm ( $1\text{nm} = 10^{-9}$  m), ou seja, da metade do comprimento de onda da luz visível (Halliday e Resnick, 2009).

## 2 A invenção do AFM

Um dos feitos mais importantes da nanociência foi a invenção do STM em 1981 pelos pesquisadores Gerd Binnig e Heinrich Rohrer do laboratório da IBM (*International Business Machines*) em Zurique na Suíça, pois este dispositivo possibilitou pela primeira vez a geração de imagens de superfícies com resolução atômica (Herrmann *et al*, 1997).

Após a invenção do STM vários outros equipamentos foram construídos para o estudo da matéria na escala nanométrica, fazendo surgir uma nova classe: os microscópios de varredura por sonda. Em 1986, os inventores do STM ganharam o Prêmio Nobel de Física e, neste mesmo ano, a partir de uma modificação do STM, combinado com um *Profilômetro stylus* (aparelho usado para medir rugosidade em escala microscópica), Gerd Binnig, Calvin Quate e Christoph Gerber desenvolveram o Microscópio de Força Atômica (Binnig e Quate, 1986).

O Microscópio de Força Atômica surgiu para resolver uma limitação do STM quanto à condutividade das amostras que podem ser analisadas, pois com o AFM é possível estudar também todo o tipo de material isolante, já que este não utiliza corrente de tunelamento, mas forças de interação atômica, para produzir imagens.

O primeiro AFM comercial, com produção em série, foi apresentado em 1989 (Herrmann *et al*, 1997). A partir desta data, os trabalhos publicados utilizando o AFM (como ferramenta

essencial ou de suporte) aumentaram em grande número por todo o mundo (Zanette, 2010).

Como um exemplo, na figura 1 tem-se uma imagem do AFM utilizado no LabMat do Departamento de Física da Universidade Federal do Amapá (UNIFAP).



Figura 1: AFM/STM modelo *Easyscan2* do fabricante Nanosurf.

As principais vantagens do AFM, quando comparado aos outros microscópios são: maior resolução, imagens em 3 dimensões, não havendo a necessidade de recobrir a amostra com material condutor, não requer métodos específicos de preparação da amostra, permite a quantificação direta da rugosidade da amostra, permite a medida da espessura de filmes ultrafinos sobre substratos e análise por fractal. É possível fazer imagens da superfície imersa em líquidos e através de algumas variantes da família SPM é possível também diferenciar fases com diferentes viscoelasticidades, encontrar domínios magnéticos e etc. Todas essas vantagens do AFM são extremamente úteis para áreas que trabalham com caracterização e produção de novos materiais,

como a Ciência dos Materiais e a Engenharia dos Materiais.

### 3 Forças entre ponta e amostra

No momento em que está ocorrendo à varredura, os átomos da ponta do AFM interagem com os átomos da superfície da amostra e, dependendo da distância ponta-amostra, essas interações podem ser atrativas ou repulsivas. A repulsão acontece quando os átomos da ponta e da amostra estão tão próximos (na distância de uma ligação química) que as nuvens eletrônicas destes começam a se repelir enfraquecendo a força atrativa; esta repulsão é consequência direta do Princípio de Exclusão de Pauli, o qual afirma que dois férmions idênticos, como por exemplo, dois elétrons, não podem ocupar o mesmo estado quântico simultaneamente, isto é, dois elétrons não podem possuir os quatro números quânticos iguais em um mesmo átomo (Feynman *et al.*, 1987).

Na figura 2, tem-se a curva teórica que representa a energia potencial entre ponta e amostra, que se origina da interação entre dois átomos descrita pelo potencial de Lennard-Jones (Israelachvili, 1992).

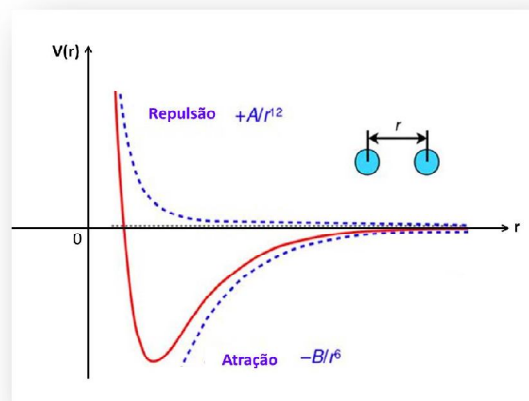


Figura 2: energia potencial entre os átomos da ponta e os átomos da amostra.

A atração ponta-amostra pode ser resultado de diferentes tipos de forças que se somam, como por exemplo: força eletrostática, forças de Van der Waals, forças químicas e força capilar. Forças eletrostáticas podem ser evitadas escolhendo-se apropriadamente os materiais para evitar a acumulação de cargas na interface ponta-amostra. As forças químicas se originam das ligações entre os objetos. São ativas quando os objetos estão em contato (ou seja, a distância entre eles é de cerca de uma distância intermolecular). A Força capilar entre dois objetos ocorre quando existe a presença de líquido entre eles, enquanto que as forças de Van der Waals têm uma natureza elétrica e surgem devido à polarização das moléculas que ocorrem através de campos elétricos de cargas vizinhas ou dipolos permanentes. Estas forças podem ser classificadas em forças de orientação, de indução e de dispersão (Israelachvili, 1992):

- a) Forças de orientação: resultam da interação entre duas moléculas po-

lares com momentos dipolares permanentes.

- b) Forças de indução: se devem à interação de uma molécula polar e uma apolar, onde a molécula polar induz uma polaridade nas vizinhanças da outra. O campo elétrico da molécula polar destrói a simetria da distribuição de cargas da molécula apolar, resultando em uma atração semelhante à registrada entre moléculas polares.
- c) Forças de dispersão: resultam da interação entre dipolos flutuantes que ocorrem em moléculas apolares, esses dipolos são finitos com intervalos de tempo muito curtos. Para as moléculas apolares a distribuição eletrônica é, em média, simétrica. Mas, a cada instante, uma parte da molécula possui mais elétrons que outra. Assim, cada molécula (ou átomo) se comporta como polar, mas esta “polarização” varia constantemente em grandeza e direção, dando origem a momentos dipolares flutuantes.

Deve-se ressaltar, por fim, que existem outros tipos de interação que podem ser consideradas neste estudo, como forças magnéticas e atração gravitacional, entretanto, dentro da região de interação ponta-amostra elas são muito fracas quando comparadas com as forças citadas anteriormente, sendo assim é possível desprezá-las.

#### 4 Os componentes básicos do AFM

O funcionamento do AFM depende de um conjunto de outros instrumen-

tos. Além de seus componentes internos básicos, como por exemplo, a sonda ou ponta que fica presa em um suporte chamado de *cantilever*, cerâmicas piezelétricas para posicionar a amostra e fazer varreduras, também necessita de outros instrumentos acoplados a ele como circuitos de realimentação para controlar a posição vertical da ponta e um computador para mover os scanners de varredura, armazenar dados e os converter em imagens por meio de *softwares* específicos para isso (Butt, 2005).

Uma descrição mais profunda de alguns componentes do microscópio é necessária para se entender como o AFM funciona.

##### I. O cantilever

O suporte que sustenta a ponta do AFM é chamado de *cantilever* ou haste e pode ter forma de “V” ou, em geral, a forma retangular (Zanette, 2010). Na figura 3, são apresentadas duas imagens feitas com um microscópio de eletrônico de varredura (MEV) dos dois tipos de *cantilevers* mais utilizados nos experimentos com o AFM.



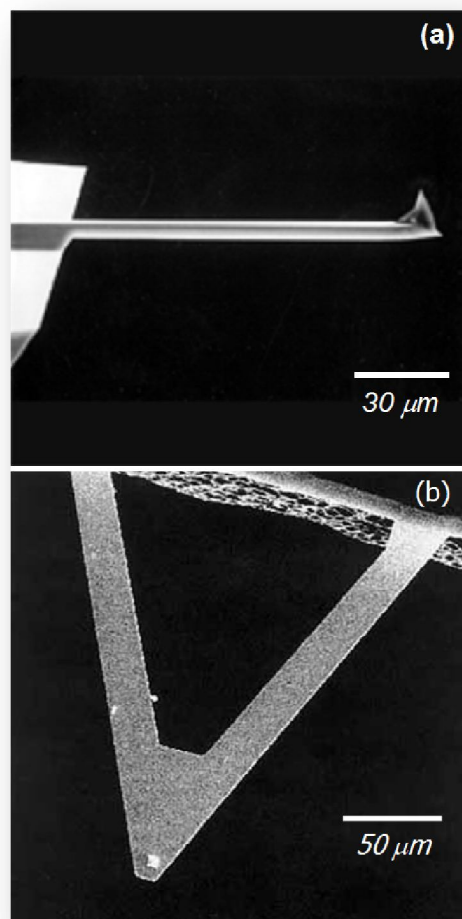


Figura 3: Imagens feitas com um MEV. a) um *cantilever* de silício (Si) em forma de haste. b) um *cantilever* de nitreto de silício ( $\text{Si}_3\text{N}_4$ ) em forma de "V".

Durante a varredura o *cantilever* sofre deflexões devido à interação ponta-amostra. Na região de forças atrativas o suporte se curva na direção da amostra e na região de forças repulsivas ele se curva na direção contrária.

O estudo da dinâmica do *cantilever*, já que ele pode defletir, pode ser feito fazendo analogia com um sistema massa-mola segundo a lei de Hooke  $F = -k \cdot x$ , sendo  $x$  a deflexão da haste e  $k$  a sua constante elástica (determinada pelo material do qual o *cantilever*

ver é feito e pela geometria do mesmo) (Zanette, 2010). Na figura 4 é mostrada uma ilustração desta analogia.

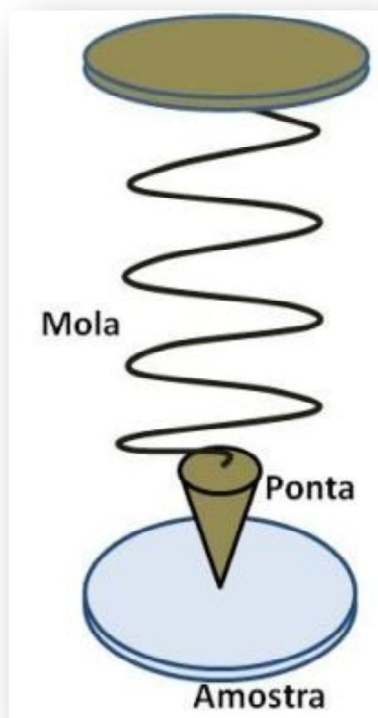


Figura 4: analogia da dinâmica do *cantilever* com o sistema massa-mola.

A constante elástica da haste deve ser tão pequena quanto possível, para poder atingir alta sensibilidade e não permitir que a ponta danifique a amostra. Por outro lado, ele necessita de uma alta frequência de ressonância para minimizar a sensibilidade a vibrações mecânicas, tais como: trânsito na rua, barulho de outros equipamentos, balanço de prédios altos, entre outros.

A frequência de ressonância do sistema massa-mola é dada por  $w_0 = (k/m)^{1/2}$ , onde  $m$  é a massa efetiva que carrega a mola (Halliday e Resnick, 2009). Assim, para conseguir

um valor grande de  $w_0$  basta fabricar pontas tão pequenas quanto possível, o que levou diretamente a ideia da utilização de técnicas de microfabricação na produção de *catilevers*, geralmente, feitos de óxido de silício ( $\text{SiO}_2$ ), nitreto de silício ( $\text{Si}_3\text{N}_4$ ) ou silício puro e, podendo serem feitos já com uma ponta fixada em suas extremidades.

## II. A ponta (ou sonda)

Para obter um entendimento adequado da interação ponta-amostra é muito importante conhecer o material do qual a amostra é feita tal como o material que compõem a ponta e, além disso, conhecer a geometria da ponta utilizada. A ponta de AFM mais comum é uma pirâmide de nitreto de silício como mostrado na figura 5(a). Sua base quadrada possui um lado de aproximadamente  $5\ \mu\text{m}$  e o raio do ápice é aproximadamente  $100\ \text{nm}$ . Outra geometria, muitas vezes utilizada, é a da ponta em forma de um cone afiado feita de silício como na figura 5(b), com raio da base variando de  $3$  a  $6\ \mu\text{m}$  e raio do ápice de aproximadamente  $20\ \text{nm}$ . As alturas das pontas de AFM variam entre  $10$  e  $20\ \mu\text{m}$  (Zanette, 2010).

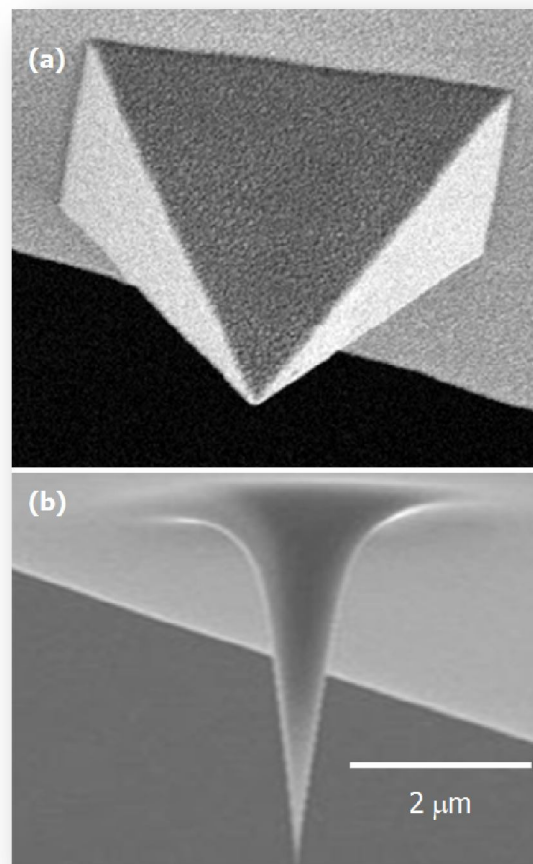


Figura 5: Imagens de dois tipos de pontas feitas com um Microscópio Eletrônico de Varredura.

Deve-se ressaltar ainda, que em condições ambiente (em ar e a temperatura ambiente) existe sempre uma camada de contaminação proveniente da umidade relativa do ar. Nesta camada podem existir resíduos que preenchem as irregularidades da superfície da amostra e, além disso, esta camada faz com que a interação ponta-amostra se torne mais intensa devido à capilaridade. Assim, uma ponteira fina pode entrar e sair mais facilmente da camada de contaminação, evitando que a ponta seja danificada.

### III. As cerâmicas piezelétricas

A piezeletricidade é a habilidade de certos materiais cristalinos desenvolverem uma carga elétrica proporcional a um *stress* mecânico. Os materiais com esta propriedade (cristais de titânio, zircônio, chumbo etc.) mostram também o inverso, isto é, sofrem uma deformação geometricamente proporcional a uma voltagem aplicada (Kittel, 2006). É esta última a propriedade usada nos microscópios de varredura por sonda para realização de diversas funções.

O controle de movimentos em distâncias tão pequenas, como as que aparecem no AFM, é possível graças ao uso das cerâmicas piezelétricas. Estas são fabricadas em uma grande variedade de formas, em geral, de um aglomerado de pequenos cristais de titânio, zircônio e chumbo (Zanette, 2010).

A figura 6 mostra um esquema do circuito de realimentação de um piezelétrico usado no AFM.

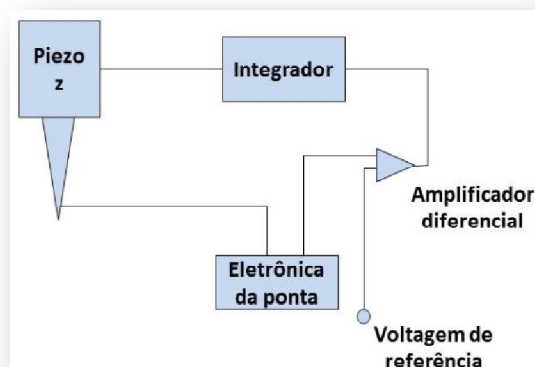


Figura 6: circuito de realimentação para posicionamento de um piezelétrico.

Quando é programada a varredura no software do AFM deve-se fornecer uma força de referência denominada *setpoint*. Sabe-se que a interação ponta-amostra depende da distância e, dessa forma, quando a ponta está muito próxima da amostra aumenta a saída da eletrônica a ela acoplada. O amplificador diferencial compara o valor aumentado com o valor de referência e envia uma saída de correção de voltagem que excita o piezelétrico para contrai-lo e, assim, afastá-lo da superfície da amostra. O integrador (basicamente um capacitor) serve para “suavizar” a realimentação, pois sem ele a correção seria um pulso de voltagem sobre o piezo (mudança brusca).

## 5 Princípio de funcionamento do AFM

Quando a ponta do AFM se aproxima da amostra (a uma distância da ordem de alguns angstroms), os primeiros átomos da ponta interagem com os átomos que compõem a superfície da amostra. Ao longo da varredura, a haste sofre deflexões por causa da interação atômica, desviando o laser que incide sobre ele, conforme ilustra o esquema de funcionamento do AFM mostrado na figura 7. O laser é detectado por um fotodiodo que envia essas informações de desvio da haste para o controle de realimentação que ajusta a posição da amostra (e/ou da ponteira) e para o computador onde é construída a topografia digitalizada da superfície da amostra.



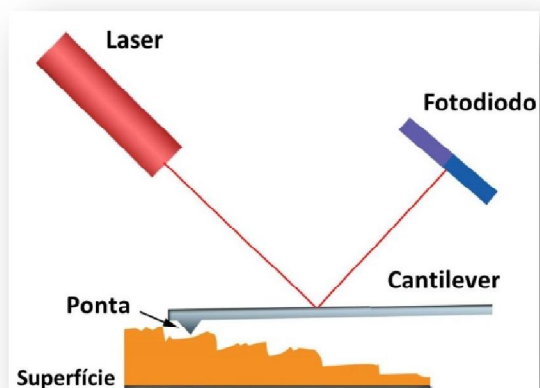


Figura 7: esquema de funcionamento do AFM.

Dessa forma, é fácil perceber que existem vários aspectos que podem interferir na interação ponta-amostra, como por exemplo: a existência de sujeira na amostra, a umidade relativa do ar, os materiais que compõem a amostra e a ponta, e ainda a geometria da ponta (Zanette *et al.*, 2000). É a combinação de todos esses aspectos que determina uma boa imagem ou uma péssima imagem, pois em alguns casos eles dão origem aos chamados artefatos de imagem, isto é, traços falsos que escondem a verdadeira morfologia da superfície da amostra.

Com relação à geração de imagens em AFM, existem três modos de operação: o modo contato, o modo *tapping* e o modo não contato.

A) Modo contato: é o modo mais utilizado para fazer imagens, porém, é recomendável usá-lo, de preferência, em amostras parcialmente duras. Atua na região de forças repulsivas e, por isso, a constante elástica do *cantilever* deve ter o menor valor possível para conse-

guir boa flexão e não danificar a amostra. O *cantilever* utilizado neste modo é, geralmente, em forma de “V” para minimizar as forças laterais de atrito, que poderiam degradar as imagens. E a ponta para o modo contato possui, em geral, a forma piramidal.

B) Modo *tapping*: neste modo a haste oscila quase na sua frequência de ressonância (por isso a necessidade de uma constante elástica maior que a do modo contato), com alta amplitude, mantendo um contato intermitente com a amostra (tocando a superfície da amostra periodicamente). Assim, dependendo da distância média entre a ponta e a amostra, a amplitude de oscilação é reduzida. Neste modo as forças de atrito da ponta sobre a amostra são desprezíveis, e com relação às pontas utilizadas neste modo, geralmente possuem forma cônica. Este modo vem sendo muito utilizado para o estudo de polímeros e materiais biológicos, pois além de evitar maiores danos na amostra, ele é capaz de fornecer a imagem de contraste de fase, onde é possível obter informações sobre a heterogeneidade da amostra.

C) Modo não contato: neste modo o *cantilever* oscila na sua frequência de ressonância com baixa amplitude, assim a amostra não é tocada e não existe preocupação em relação à contaminação da ponta. Atua na região de forças atrativas, exigindo que a haste seja suficientemente rígida com constante elástica de valor alto. O modo não contato é utilizado para a realização de imagens

de amostras muito moles, e na prática é muito semelhante ao modo *tapping*, porém, fornecendo imagens com menos detalhes devido à ponta estar sempre afastada da amostra ao longo da varredura.

## 6 Conclusão

A invenção do AFM foi muito importante para investigação de propriedades mecânicas e tribológicas (propriedades de materiais relacionadas com interação de interface em movimento relativo), pois devido a sua sensibilidade, permite a aplicação de forças fracas o suficiente para não produzir o deslocamento de átomos durante o contato, fato que possibilita o estudo e análise de superfícies na escala atômica seja de materiais cristalinos, amorfos ou de sistemas orgânicos. Devido a isso, ele tem causado um grande impacto positivo às ciências dos materiais.

Propriedades como elasticidade, atrito e desgaste que dependem da morfologia da superfície (ou asperezas microscópicas) e da adesão podem ser estudadas com o uso do AFM fornecendo resultados com boa precisão. Essas propriedades influenciam diretamente na construção de materiais nanoestrutura dos. Assim, pode-se dizer que o AFM é uma ferramenta bastante importante para o desenvolvimento da nanotecnologia e áreas afins.

## Referências

Butt, H.; Cappella, B.; Kappl, M. Force measurements with the atomic force

microscope: Technique, interpretation and applications. **Surface Science Reports**. n. 59. 2005.

Binnig, G.; Quate C. F. Atomic Force Microscope. **Physical Review Letters**. v. 56. 1986.

Cohen, S. H. **Quantum Mechanics**. New York Kluwer Academic Publishers. v. 1. 2002.

Feynman, R. P. *et al.* **The Feynman Lectures on Physics**. Massachusetts: Addison-Wesley Publishing Company. v. 3. 1965.

Halliday, D.; Resnick, R. **Fundamentos de Física**. LTC. v. 2 e 4. 2009.

Herrmann, P. S. P. *et al.* Microscopia de Varredura por Força: uma Ferramenta Poderosa no Estudo de Polímeros. **Polímeros: Ciência e Tecnologia**. 1997.

Israelachvili, J. N. **Intermolecular and surface force**. San Diego: USA Academic Press. 1992.

KITTEL, C. **Introduction to Solid State Physics**. New York: John Wiley & Sons. 1996.

Zanette, S. I. *et al.* Theoretical and experimental investigation of the force-distance relation for an atomic force microscope with a pyramidal tip. **Surface Science**. n.453. 2000.

Zanette, S. I. **Introdução à Microscopia de Força Atômica**. CBPF. 2010.

License information: This is an open-access article distributed under the terms of the Creative Commons Attribution License, which permits unrestricted use, distribution, and reproduction in any medium, provided the original work is properly cited.

Artigo recebido em 10 de setembro de 2014.

Aceito em 29 de janeiro de 2015.